

# 土壤调查实验室分析方法

SOIL SURVEY LABORATORY METHODS

张甘霖 龚子同 主编



科学出版社

# 土壤调查实验室分析方法

SOIL SURVEY LABORATORY METHODS

张甘霖 龚子同 主编

科学出版社

北京

## 内 容 简 介

本书是一本服务于土壤调查的实验室分析方法工具书。全书共分 15 章,包括土壤样品的采集和制备、土壤物理性质分析、有机物质的分析、全量组成和各种化学性质的测定,以及强酸消化元素、土壤氧化物、原生和黏土矿物鉴定、土壤微形态薄片制备和鉴定等多用于土壤发生和分类研究的方法。此外,还对野外土壤鉴定和原位测定所常用的田间速测方法进行了介绍。

本书侧重于相对稳定的基本土壤性质测定方法,主要适用于土壤学教学和土壤调查、分类、制图、评价等基础和应用研究,也适用于土壤环境和生态等学科的需求。

本书在采用成熟的土壤常量元素经典分析方法的基础上,增加了一些快速和稳定的仪器分析方法,并对每种分析方法进行了精度评价。

### 图书在版编目(CIP)数据

土壤调查实验室分析方法/张甘霖,龚子同主编.—北京:科学出版社,2012

ISBN 978-7-03-032979-0

I. ①土… II. ①张…②龚… III. ①土壤调查-分析方法 IV. ①S159-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 253696 号

责任编辑:胡 凯 周 丹 刘燕春/责任校对:钟 洋

责任印制:赵 博/封面设计:王 浩

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

源海印刷有限责任公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

\*

2012年1月第一版 开本:B5(720×1000)

2012年1月第一次印刷 印张:16 1/2

字数:312 000

定价:59.00元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

## 《土壤调查实验室分析方法》编委会

主 编 张甘霖 龚子同

副主编 杨金玲 陈志诚

编 委 (按姓氏笔画为序)

王伏雄	过兴度	李德成	杨德涌
张 民	张连弟	罗家贤	郑莲芬
赵文君	赵玉国	教剑英	黄 钺
曹升赓	蒋梅茵		

## 前 言

要获得土壤资源信息,可靠的野外调查和正确的实验室分析是重要的前提。土壤工作者对实验室分析方法的研究和应用是非常关注的,因为只有在相对标准化的方法和程序基础上,获得的数据才有可比性,相关的土壤解译才有意义,无论这些解译是为了土壤类型的最后判定,还是肥力评价或者其他管理措施。国际上,像美国农部土壤调查中心编辑出版的《Soil Survey Laboratory Methods Manual》享有较高的声誉,应用非常广泛;在国内,早期的《土壤理化分析》和新近出版的《土壤农业化学分析》等都是土壤分析实验室不可或缺的工具书。但是,服务于土壤分类和土壤鉴定目的的专门土壤分析方法在国内尚不多见,常规的土壤理化分析方法通常都偏重于不同的应用侧面,对辨识土壤本身所需用的分析方法则较缺乏介绍。

现代土壤分类,包括中国土壤系统分类,都是以诊断层和诊断特性为基础的定量的土壤分类。《中国土壤系统分类》的出版标志着我国土壤分类向标准化方向发展迈出了重要一步。诊断层和诊断特性是以大量物理、化学数据和其他实验室分析、鉴定结果为依据的,基于中国土壤系统分类的基层分类研究,包括土族和土系的建立,同样涉及定量分类指标的应用。但到目前为止,现有的方法并不完全统一,分析鉴定项目也并不能完全满足土壤分类的需要,这样所得结果就难以比较,也难以应用于诊断层和诊断特性之中。在土壤调查、土壤分类和制图过程中,应用规范的实验室分析方法无疑是获得正确结果的前提。因此,统一的实验室分析方法是必不可少的。

本书中分析项目的确定是以用于鉴别土壤类型的诊断层和诊断特性需要为根据,兼顾在野外可以快速实施的田间测定。在选择具体测定方法时,尽量采用国内已经普遍使用的方法,同一分析项目列了几种测定方法,可以根据土壤性质及实验室设备条件分别选用。同时,为了便于我国土壤系统分类的国际交流,采用了与国际上土壤分类相应可以对比的测定方法,例如,颗粒组成测定中粒级划分、有效阳离子交换量、铝饱和度、水溶盐总量(电导法)、碱化度、焦磷酸钠浸提性铁、铝、碳的测定等。另外,还介绍了一些必要的新项目及其测定方法,例如,细黏粒、水可分散黏粒、水分吸持差、线性膨胀系数、强酸消化元素组成、纤维物质、焦磷酸盐浸提液颜色等的测定等,以及应用激光粒度仪测定土壤颗粒组成的方法,以供试用。

本书共 15 章,主要包括土壤的物理性质、化学性质和矿物鉴定等,特别是针对一些能够反映土壤发生和发育特点的相对稳定的基本性质测定方法进行了比较系

统的介绍,如土壤三酸消化组成和土壤矿物。主要适用于土壤学教学和土壤调查、土壤评价等基础和应用研究,也可适用于土壤环境和生态等学科的需求。本书在采用成熟的土壤常量元素经典分析的基础上,适当增加了一些快速和稳定的仪器分析方法,并对每种分析方法进行了精度评价。

本书初稿的形成在中国土壤系统分类高级单元研究阶段,已经有较长的时间了。初稿第一章由陈志诚、王伏雄、宋瑞玲编写,第二章由王伏雄、宋瑞玲、杨艳生、陈志诚、张民编写,第三章由黄钺、张连弟编写,第四章由教剑英、过兴度、陈志诚、赵文君编写,第五章由教剑英编写,第六章由陈志诚、教剑英编写,第七章由黄钺、过兴度编写,第八章由张连弟、郑莲芬编写,第九章由郑莲芬编写,第十章由过兴度、黄钺编写,第十一章由赵文君编写,第十二章由过兴度编写,第十三章由过兴度编写,第十四章由罗家贤、杨德涌、蒋梅茵编写,第十五章由曹升赓编写。初稿完成后在国内不同实验室已经有不少应用,这次重新对方法进行修订和校对,由张甘霖、黄钺、杨金玲补充了一些新的测定方法,使整个方法体系更为完整。在编辑过程中,杨金玲、黄钺、张连弟等对全书进行了校阅。在此对他们付出的辛勤劳动表示感谢!希望使用者在应用过程中对可能存在的错误和疏漏提出批评指正,以便今后进一步加以补充、修改和完善。

本书的出版得到科技部“我国土系调查与《中国土系志》编制”(2008FY110600)基础性工作专项的资助。

张甘霖 龚子同

2011年10月

# 目 录

## 前言

第一章 土壤样品的采集和制备	1
1.1 土壤样品的采集	1
1.2 土壤样品的制备	2
1.3 黏粒( $<0.002\text{mm}$ )样品的制备	5
主要参考文献	7
第二章 土壤物理分析	8
2.1 颗粒组成的测定	8
2.2 水可分散黏粒( $<0.002\text{mm}$ )含量的测定	19
2.3 细黏粒( $<0.0002\text{mm}$ )含量的测定	20
2.4 岩屑部分( $>2\text{mm}$ )含量的测定	22
2.5 土壤自然含水量的测定	23
2.6 容重的测定	25
2.7 自然土块 $1/3 \times 10^5 \text{ Pa}$ 或 $1/10 \times 10^5 \text{ Pa}$ 水分	30
2.8 土壤水特征曲线测定	31
2.9 凋萎含水量的测定	33
2.10 水分吸持差(WRD)的计算	35
2.11 饱和含水量的测定	35
2.12 线性膨胀系数(COLE)的计算	36
主要参考文献	37
第三章 土壤 pH、碳酸盐和石膏的测定	38
3.1 pH 的测定(电位法)	38
3.2 碳酸钙相当物的测定	40
3.3 石膏的测定(乙醇洗盐、盐酸提取—EDTA 间接滴定法)	44
主要参考文献	46
第四章 土壤有机物质的分析	47
4.1 有机质的测定(重铬酸钾-硫酸消化法)	47
4.2 腐殖质组成的快速测定	49
4.3 纤维物质的测定	51
4.4 土壤有机物颜色的测定	53

主要参考文献 .....	54
<b>第五章 土壤氮的测定 .....</b>	<b>55</b>
5.1 全氮的测定 .....	55
5.2 碱解氮的测定(碱解扩散法) .....	58
5.3 铵态氮的测定(靛酚蓝比色法) .....	60
5.4 硝态氮的测定 .....	62
主要参考文献 .....	66
<b>第六章 土壤磷的测定 .....</b>	<b>67</b>
6.1 全磷的测定 .....	67
6.2 有效磷的测定 .....	70
6.3 柠檬酸溶性磷的测定 .....	73
6.4 磷酸盐的吸持 .....	75
主要参考文献 .....	76
<b>第七章 土壤钾的测定 .....</b>	<b>77</b>
7.1 全钾的测定 .....	77
7.2 速效钾的测定(乙酸铵浸提-火焰光度法) .....	79
7.3 缓效钾的测定(硝酸消煮-火焰光度法) .....	80
主要参考文献 .....	81
<b>第八章 土壤交换性能的分析 .....</b>	<b>82</b>
8.1 阳离子交换量的测定 .....	82
8.2 交换性盐基及其组成的测定 .....	87
8.3 氯化钾浸提性酸及氢、铝的测定(适用于酸性土壤) .....	93
8.4 铝饱和度的计算(适用于酸性土壤) .....	95
8.5 氯化钡-三乙醇胺(pH8.2)浸提性酸的测定(适用于酸性土壤) .....	95
8.6 碱化土壤交换性钠的测定 .....	96
8.7 碱化土壤钠饱和度的计算 .....	99
主要参考文献 .....	100
<b>第九章 土壤水溶性盐总量和组成的测定 .....</b>	<b>101</b>
9.1 土壤水溶性盐待测液的制备 .....	101
9.2 烘干残渣及盐分总量的测定 .....	102
9.3 碳酸根、重碳酸根离子的测定(双指示剂滴定法) .....	105
9.4 氯离子的测定 .....	106
9.5 钙和镁离子的测定 .....	108
9.6 硫酸根离子的测定 .....	110
9.7 硝酸根离子的测定(还原蒸馏法) .....	113

---

9.8 钾和钠离子的测定(火焰光度法) .....	114
9.9 离子色谱分析 .....	115
9.10 阴阳离子的精密度 .....	118
主要参考文献 .....	118
<b>第十章 土壤矿质全量元素的分析</b> .....	<b>119</b>
10.1 样品待测液的制备 .....	119
10.2 二氧化硅的测定 .....	122
10.3 铁的测定 .....	126
10.4 铝的测定 .....	128
10.5 锰的测定 .....	130
10.6 钛的测定 .....	132
10.7 钙、镁的测定 .....	135
10.8 钾、钠的测定 .....	138
10.9 磷的测定 .....	139
10.10 烧失量的测定(灼烧减重法) .....	140
10.11 全硫的测定 .....	141
主要参考文献 .....	147
<b>第十一章 强酸消化元素的测定</b> .....	<b>148</b>
11.1 样品待测液的制备 .....	148
11.2 二氧化硅的测定(硫酸亚铁铵比色法) .....	150
11.3 铁的测定 .....	152
11.4 铝的测定 .....	152
11.5 锰的测定 .....	153
11.6 钛的测定 .....	154
11.7 钾、钠的测定 .....	154
11.8 磷的测定 .....	154
11.9 钙、镁的测定 .....	155
主要参考文献 .....	155
<b>第十二章 土壤氧化物的分析</b> .....	<b>156</b>
12.1 游离氧化物的测定 .....	156
12.2 非晶质氧化物的测定 .....	166
12.3 络合态氧化物的测定 .....	174
12.4 氢氧化钠浸提性硅、铝的测定 .....	179
12.5 硫酸铝浸提性铁、锰的测定 .....	183
主要参考文献 .....	187

---

<b>第十三章 土壤野外调查的速测方法</b> .....	188
13.1 酸碱度的测定(混合指示剂法).....	188
13.2 碳酸钙的测定(盐酸发泡估测法).....	189
13.3 碱化反应的测定(酚酞指示剂法).....	189
13.4 水田土壤亚铁的测定(邻菲罗啉指示剂法).....	190
13.5 水田土壤氧化还原电位的测定(电位计法).....	190
13.6 土壤中还原性物质(田间原位电极法).....	192
主要参考文献.....	192
<b>第十四章 土壤中原生矿物和黏土矿物的鉴定</b> .....	193
14.1 原生矿物的鉴定(偏光显微镜鉴定).....	193
14.2 黏土矿物的鉴定(X射线衍射仪鉴定).....	194
14.3 非晶物质的定量.....	202
14.4 高岭石和埃洛石的定量.....	205
14.5 过渡矿物的定量.....	206
14.6 蛭石和蒙脱石的定量.....	207
14.7 云母类矿物的定量.....	209
14.8 绿泥石的定量.....	210
14.9 长石和石英的定量.....	211
14.10 三水铝石的定量.....	213
主要参考文献.....	214
<b>第十五章 土壤微形态鉴定</b> .....	215
15.1 土壤薄片的制备.....	215
15.2 土壤薄片的观察和描述.....	222
15.3 土壤薄片的摄影及照片整理.....	242
主要参考文献.....	243
<b>附录</b> .....	245
一、酸碱指示剂.....	245
二、酸碱混合指示剂.....	246
三、氧化还原指示剂.....	248
四、络合指示剂.....	248
五、不同组成形式的换算因数表.....	250
六、标准筛孔对照表.....	253

# 第一章 土壤样品的采集和制备

正确的采集和制备土壤样品对于实验室分析结果能否确切地反映野外土壤实际情况具有重要意义。

## 1.1 土壤样品的采集

### 1.1.1 位置选择

采样位置应远离道路、围墙、老的村庄及其他可能造成土壤特性错乱的场地。

若采集单个土体的重复样品,两个重复样点位置应根据不同制图比例尺的要求相隔一定距离,且不在土壤图上的同一个图斑范围内。若按横切断面采样,则必须注意使所要测验的变量在考虑其他变量之后能得到充分评定,所采集的各单个土体应具有可比性。为了扩充以某一中心位置为重点研究所取得的数据,可以采集卫星式单个土体,这些单个土体相互间距依赖于所进行测验的性质不同可能为几米或几千米。

### 1.1.2 单个土体样品采集

挖剖面分层取样,一般剖面宽 1m,长 2m,深度应为 1.2~20m。若母质层出现在离土表 1.2m 深之内,则应挖至母质层;若石质接触面或准石质接触面出现在离地表 1.2m 深以内,就挖至石质接触面或准石质接触面。若需要评定和描述大于剖面的单个土体,则用打钻或挖对照剖面加以补充。侧向均一的单个土体,每层采集样品宽度应为 30~50cm。每个样品应代表每个土层的全部横断面的土壤,每层取土 2~3kg,装入塑料袋或布口袋中,填写 2 张标签,注明单个土体编号、地点、土壤名称、层次、深度、日期及采集人,1 张放入土样袋中,另 1 张结在袋口,扎紧袋口以防土样泄漏。供测定容重和水分吸持的土块应该取自每个土层的中心位置,供制备薄片的土块则应从形态特征表现明显的部位采样。土块先放入塑料袋内,然后再装在坚固纸盒中,以便运输。若某单个土体的发生土层沿侧面方向呈现不连续,或其厚度或某些形态特征表现程度有显著变化,则应从该单个土体的不同部分(或土壤剖面上不同部位)分别采样。从土坑底部开始,向上逐层采样,以减少污染。

若有 $>20\text{mm}$ 的岩屑存在,需按 1.1.3 所述的方法采样。对于差别明显的土壤物质,应估计各个组成成分所占的比例,并记载入单个土体的描述中。若有必要,

可分别采取各个组分的样品。若形态上可识别的发生土层厚度在单个土体上部  $>30\text{cm}$  或在单个土体下部  $>60\text{cm}$ , 则应细分亚层采样, 并考虑土壤分类系统的需要划定亚层界限。

### 1.1.3 具有岩屑的土壤样品采集

“岩屑”是指土壤中粒径为  $2\text{mm}$  或更大, 但其水平阔度小于单个土体大小的部分。“岩屑”与“粗碎块”的含义并不相同, 粗碎块是指土壤中粒径为  $2\sim 250\text{mm}$  的部分, 它不包括  $>250\text{mm}$  的石块和巨砾。

对于具有岩屑的土壤需按下列 2 种方法中的任意一种进行估测采样。

#### (1) 体积估测

目测估计  $>250\text{mm}$ ,  $75\sim 250\text{mm}$  及  $20\sim 75\text{mm}$  的岩屑各占土壤总体积的比例 ( $\text{mL} \cdot \text{L}^{-1}$ ), 并记载入单个土体描述中, 然后采取  $<20\text{mm}$  部分的样品  $2\sim 3\text{kg}$ , 并装入密封闭气的塑料袋中, 以便测定田间水分含量, 计算各级粗碎块的体积含量。

#### (2) 质量估测

目测估计并记载  $>75\text{mm}$  部分占土壤总体积的比例 ( $\text{mL} \cdot \text{L}^{-1}$ )。先取  $<75\text{mm}$  部分的样品  $15\sim 20\text{kg}$ , 称重, 过筛, 分出其中  $20\sim 75\text{mm}$  部分并称其质量, 记载  $20\sim 75\text{mm}$  和  $<75\text{mm}$  部分的质量, 再从  $<20\text{mm}$  部分中采取  $2\sim 3\text{kg}$  样品, 装入密封闭气的塑料袋中, 以便测定田间水分含量, 计算各级粗碎块的质量含量。

### 1.1.4 沼泽土样品采集

若土壤已被排干或自然水位在地表以下, 则上部土层的样品可以通过挖剖面采取。在水位下面的原状土样用泥炭钻采取。若原状土块可以完全无损地取出, 则可用锋利的小刀切削, 采取测定容重的样品, 或切削至恰好与装样铁皮盒或铝盒一样大小, 然后装入盒中。

水位下面各土层的大量样品则以竖杆用的掘洞器采取。先去除地面铺垫物, 后用竖杆掘洞器采取下部土层样品。把各层土样排在塑料布上, 经验对后, 立即装入塑料袋, 以手搓揉样袋驱出空气, 扎紧袋口, 再套上另一个塑料袋, 扎紧袋口, 结上标签。软烂的原状土样可用泥炭钻采取。

## 1.2 土壤样品的制备

土壤机械组成包括岩屑和细土两大部分, 其详细划分如表 1.1 所示, 通常按不同需要取其中某一部分或全部进行样品制备。

表 1.1 土壤机械组成

名 称		粒径/mm
岩 屑 部 分	石块、巨砾	>250
	粗碎块	大
	(石砾)	中
		小
		极小
细 土 部 分	砂粒	极粗
		粗
		中
		细
		极细
	粉粒	
	黏粒	粗
		细

### 1.2.1 细土(<2mm)样品

野外采回的土壤样品应及时摊放在托盘或干净纸张上,挑去植物根茎残体及砖瓦片等侵入体,进行风干,适宜温度为 30~35℃,不得置于阳光下直接曝晒。把风干的土样放在木板或塑料板上用圆木棍碾碎,然后通过 10 号筛(2mm),反复进行,使土块全部碾碎过筛。若在土样中有铁锰结核、石灰结核、铁子或半风化体则不能用木棍碾碎,应细心拣出称重,保存备用。对于具有岩屑的土壤样品应在风干前把野外采回的湿润土样称重,并按 2.4 所述的方法分离出粗碎块,测定计算其含量,并保存备用。

经风干过筛的细土(<2mm)样品充分混匀后盛于广口瓶内。再根据化学分析项目的不同要求,按四分法取一部分已通过 10 号筛的土样进一步研磨,使其全都通过 60 号筛(0.25mm)为止,并从通过 60 号筛的土样中取一部分继续研磨,使其全部通过 100 号筛(0.149mm)为止。研磨过筛后的样品混匀后,即可装瓶或装袋,并贴上标签,写上号码。瓶内或袋内的样品应保存在样品架上,尽量避免日光、高温、潮湿、酸碱气体等的影响,否则会影响分析结果的准确性。

### 1.2.2 含碳酸盐的土壤样品

对于含碳酸盐的土壤样品可以预先经过去除碳酸盐处理,然后再进行分析测定。下面介绍用酸性乙酸钠缓冲液(pH5)去除土壤样品中碳酸盐的方法。

### (1) 方法

用宽约 15cm 的纤维质包装套制成渗析膜口袋,底部用宽橡皮带扎紧,装入土样(若为非砾质且富含石灰质的土样,需装 6kg);加 1L pH5 的  $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  NaOAc 缓冲液,渗析袋的上口围绕一根长 10cm 的玻璃排气管扎紧,把整个渗析袋装置悬挂在盛有 60L 缓冲液的塑料桶里。若碳酸盐正在进行溶解作用,可搓揉渗析膜口袋,使  $\text{CO}_2$  气泡逸出。当搓揉渗析膜口袋没有  $\text{CO}_2$  气泡形成时,打开渗析膜袋口,并用强酸检验粗颗粒上碳酸盐包被物(在粗颗粒上碳酸盐保留时间较长);若土样已没有碳酸盐,就把渗析膜口袋装置移到另一大塑料桶内用自来水流连续洗涤脱盐,通过玻璃排气管取出少量清液,测量其电导,检查渗析膜口袋内的离子浓度,继续渗析,直至盐分浓度  $< 1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  为止。

按土样在用缓冲液处理之前是否去除  $> 2\text{mm}$  的颗粒,采用不同干燥土样的方法。若已去除,在渗析膜口袋中用滤管抽吸去除多余的水分,搓揉渗析膜口袋,混匀土样,并把它放置于酒精中,使其进一步脱水,然后,从渗析膜口袋中取出土样,进行风干。若用缓冲液处理的土样尚含有  $> 2\text{mm}$  的颗粒,则用 10 号筛(2mm)把土样进行湿筛,然后将留在筛面上( $> 2\text{mm}$ )的样品再进行干筛,并把筛下来的  $< 2\text{mm}$  部分与由湿筛分离出来的  $< 2\text{mm}$  部分放在一起,用滤管去除大部分水分后,再用酒精把土样转移到浅盘上进行风干。酒精可以防止在干燥过程中黏粒团聚成为稳固的薄片结构物。

### (2) 说明

去除碳酸盐所需的时间,依颗粒大小、碳酸盐种类和含量及样品量多寡而变化很大,受碳酸盐强烈胶结的发生层土壤样品需要 2 个月。缓冲液中碱土金属离子的浓度明显地影响着去除碳酸盐的速率,在缓冲能力未被消竭之前,经常更换塑料桶内缓冲液,使其中碱土金属离子维持在低浓度水平,可明显增加去除碳酸盐的速率。脱盐通常约需 4 天。

对于碳酸盐-胶结的发生层土壤,全部样品并不都是  $< 2\text{mm}$  的颗粒,必须用缓冲液处理。对于没有碳酸盐胶结的发生层土壤,全部样品用缓冲液处理也具有洗涤  $> 2\text{mm}$  的粗骨部分,去除黏附其上的细小颗粒和有机物质的优点。

对于非砾质的发生层土壤,需用大量样品(约几千克)进行缓冲液处理,因为其  $< 2\text{mm}$  部分的数量少,同时,使用大量样品也增加  $> 2\text{mm}$  部分含量比例的准确性。

## 1.2.3 碳酸盐固结的含粗碎块土壤样品

把野外采回的土样捣碎混匀,用 4 分法分成若干份亚样品。取 1 份亚样品称重后,用酸性乙酸钠缓冲液(pH5)处理,去除碳酸盐,并把粗碎块与细土部分分开,两部分再分别称重,用无碳酸盐细土部分进行物理、化学和矿物学测定;另取 1 份

亚样品全部研磨,使其通过 60 号筛,测定其中碳酸盐含量(质量)。

上述所测出的各项质量可用来计算细土部分  $\text{CaCO}_3$  含量,可以把无碳酸盐细土为基础的各项分析结果数值换算为以全部土壤为基础的或含碳酸盐细土为基础的数值。

#### 1.2.4 粗碎块(2~20mm)样品

(1) 2~20mm 样品

把从 1.2.1 分离出的 2~20mm 粗碎块用机器粉碎至  $<2\text{mm}$ 。

(2)  $<2\text{mm}$  样品

把上述由粗碎块(2~20mm)粉碎为  $<2\text{mm}$  的样品与从 1.2.1 中分离出的细土( $<2\text{mm}$ )样品充分混匀而成。

#### 1.2.5 全部土壤样品

野外采回的土壤样品摊放在托盘上,置于  $30\sim 35^\circ\text{C}$  温度下,进行风干,然后,用机器粉碎,使全部样品通过 10 号筛(2mm)。

### 1.3 黏粒( $<0.002\text{mm}$ )样品的制备

土壤中黏粒样品制备的目的在于提纯黏粒,分析其化学成分和鉴定矿物组成,其方法是以斯托克斯定律为基础,利用土粒在静水中沉降规律,将  $<0.002\text{mm}$  的黏粒部分收集起来(参见土壤颗粒组成的测定)。

#### 1.3.1 主要仪器设备

特制虹吸管、陶瓷滤管、玛瑙研钵等。

#### 1.3.2 试剂

同土壤颗粒组成的测定 2.1.1.2。

#### 1.3.3 操作步骤

(1) 称样

一般称取通过 2mm 孔径筛的风干土样约 30g(如样品质地偏砂,可稍增加其称量)于 400mL 高型烧杯中。

(2) 去除碳酸盐

去除方法参见土壤颗粒组成的测定 2.1.1.3(2),待样品中碳酸盐全部分解后,继续用  $0.05\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$  HCl 溶液处理,但要改换用陶瓷滤管抽气过滤清洗,直至

滤液中无钙离子存在,随后再换用水继续抽气过滤清洗,洗尽氯离子。

(3) 去除有机质

去除方法参见土壤颗粒组成的测定 2.1.1.3(3)。

(4) 制备悬液

① 加分散剂,煮沸分散。将上述去尽碳酸盐及有机质的样品,用少量水转移到有柄瓷蒸发皿中,分散剂一般为  $20\text{g} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液 50mL(也可用其他分散剂来达到改善分散效果)。再加水至 250mL,加盖表面皿,放置于电热板上加热煮沸,沸腾后保持 15min。也可采用振荡分散方法。

② 过洗筛、定容。将煮沸分散的悬液,通过 0.05mm 孔径筛,用水把  $<0.05\text{mm}$  的土粒全部洗入 1L 高型烧杯(事先在杯外壁,距底起分别划 3cm、5cm、15cm 三条标记线,图 1.1),加水定容至 15cm 标记线,筛上  $>0.05\text{mm}$  粒径的颗粒部分一般可弃去。如果需要测定  $>0.05\text{mm}$  砂粒部分的元素含量,可将其转入铝盒烘干,称重,保留。

(5) 黏粒分离

① 用带橡皮头的玻棒搅拌 1min,使悬液均匀分布。搅拌停止,即为开始沉降时间,记录时间,并盖上表面皿,在沉降过程中,需测记 3 次液温,取其平均值,计算黏粒( $<0.002\text{mm}$ )提取时间(参见土壤颗粒组成的测定表 2.3)。

② 在规定吸取时间前 30s,将虹吸管轻轻插入悬液,到预定深度,到时打开活塞抽吸悬液于 5L 磨口试剂瓶中(图 1.1)。

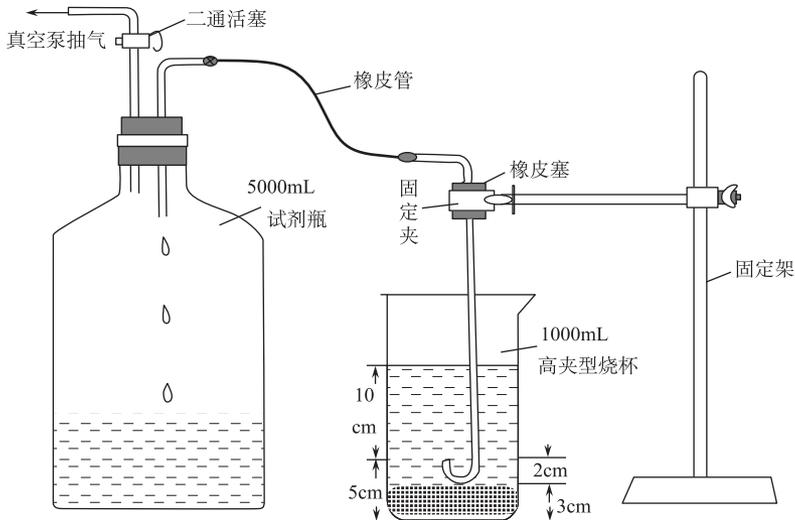


图 1.1 黏粒提取装置图

③ 向烧杯中加水,液面低于 15cm 标记线 2~3cm,用分散剂  $20\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$   $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液来调至  $\text{pH}8\sim 9$ ,再用水定容至 15cm 标记线。按规定时间沉降、吸取。

④ 按上述步骤,加分散剂调节  $\text{pH}$ ,定容、搅拌、沉降、吸取,如此反复多次进行,直至到规定吸液时,自液面(15cm 标记线)下 10cm(5cm 标记线)高度内几乎全部澄清为止。

⑤ 浓缩,用 1:9 HCl 边滴加边搅拌黏粒悬液,直至分散的黏粒悬液出现凝絮为止。

⑥ 黏粒悬液凝絮沉淀后,抽去上部清液,将下部的黏粒移入 400mL 高型烧杯,加水,用陶瓷滤管抽洗,除尽氯离子。

⑦ 将上述除尽氯离子的黏粒,置于红外灯下烘干( $50^\circ\text{C}$ 左右)。用玛瑙研钵将黏粒磨细,并通过 0.149mm 孔径筛,装瓶备用。

### 主要参考文献

中国科学院南京土壤研究所. 1978. 土壤理化分析. 上海:上海科学技术出版社:1-6.

USDA,SCS. 1984. Procedures for Collecting Soil Samples and Methods of Analysis for Soil Survey. Washington, D. C.; Soil Survey Investigations Report, No. 1:12-14.

USDA, NRCS. 1995. Soil Survey Laboratory Information Manual. Washington, D. C.; Soil Survey Investigations Report, No. 45. Version 10.

## 第二章 土壤物理分析

### 2.1 颗粒组成的测定

#### 2.1.1 吸管法

土壤是由液体、气体、固体三相组成。不同直径的土壤颗粒是土壤的主要组成部分,不同直径的颗粒,有着不同的特性。确定土壤质地 in 土壤的形成和土壤的农业利用中具有重要意义。

由于各种颗粒分级标准不同,因此相对应的土壤质地分类也不同,质地名称也有差异;即使质地名称相同,它的各级粒径及其含量也不一致。在 1949 年前,我国大都采用国际制或美国制的土壤颗粒分级和质地分类标准;1949 年后,又比较普遍采用苏联 H. A. 卡庆斯基分类系统;通过 1958~1959 年全国土壤普查工作,虽然订出了一套我国自己的颗粒分级及质地分类标准(中国科学院南京土壤研究所、西北水土保持生物土壤研究所),但至今未推广;近年来,随着国际间相互交往增多,采用美国农业部制分级(表 2.1)分类(图 2.1)标准日益普遍。

表 2.1 土壤颗粒分级标准

土粒有效直径/mm	粒级名称
>2	石砾
2~1	砂粒 { 极粗 粗 中 细 极细
1~0.5	
0.5~0.25	
0.25~0.1	
0.1~0.05	
0.05~0.002	粉粒
<0.002	黏粒

美国农业部制质地分类是用等边三角形图来表示。等边三角形的 3 个顶点,分别代表  $1000\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$  的砂粒 ( $2 \sim 0.05\text{mm}$ )、粉粒 ( $0.05 \sim 0.002\text{mm}$ ) 及黏粒 ( $<0.002\text{mm}$ ), 而以其相对应的底边作为其含量 ( $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ ) 的起点线,各自代表  $0\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$  的砂粒、粉粒及黏粒。为了应用方便起见,根据图 2.1 列表如下(表 2.2)。

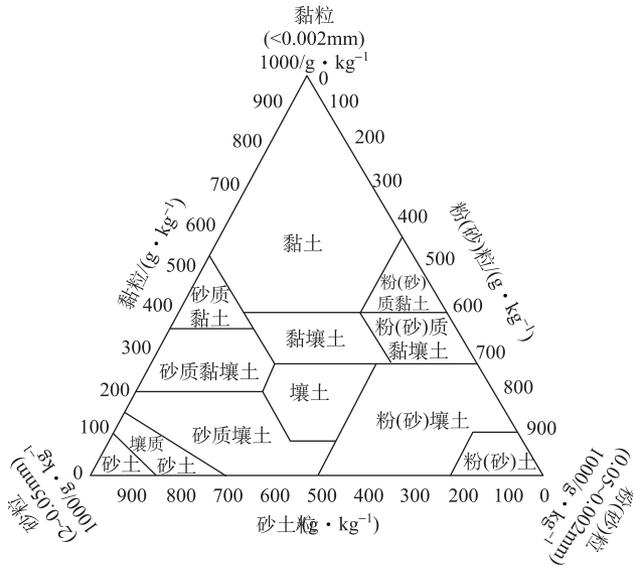


图 2.1 美国制土壤质地三角坐标图

表 2.2 土壤质地分类

类别	名称	颗粒组成/( $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ )		
		砂粒/mm 2~0.05	粉粒/mm 0.05~0.002	黏粒/mm <0.002
砂土类	砂土	550~1000	0~150	0~100
	壤质砂土	700~850	0~300	0~150
	粉砂土	0~200	800~1000	0~120
壤土类	砂质壤土	430~850	0~500	0~200
	壤土	230~520	280~500	70~270
	粉砂壤土	0~500	500~800	0~270
黏壤土类	砂质黏壤土	450~800	0~280	200~350
	黏壤土	200~450	150~530	270~400
	粉砂质黏壤土	0~200	400~730	270~400
黏土类	砂质黏土	450~650	0~200	350~550
	粉砂质黏土	0~200	400~600	400~600
	黏土	0~550	0~400	400~1000

注:源自 USDA,1952。

土壤颗粒组成的测定(吸管法),一般对 $>0.1\text{mm}$ 的粗粒部分采用筛分法,而对 $<0.1\text{mm}$ 的颗粒部分,以斯托克斯定律为基础,利用土粒在静水中沉降规律,其沉降速度与球体半径的平方成正比,而与介质的黏滞系数成反比。将不同直径的土壤颗粒按粒级分开,加以收集、烘干、称重,并计算各粒级颗粒含量( $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ )。

根据斯托克斯定律及其关系式,可算出不同直径的土粒在水中沉降 $10\text{cm}$ ,在不同温度( $^{\circ}\text{C}$ )下所需的时间,列表如下(表 2.3)。

表 2.3 各级土粒吸取时间表(深度 $10\text{cm}$ ;比重 $2.65\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ )\*

温度/ $^{\circ}\text{C}$	土粒直径/ $\text{mm}$					
	$<0.05$			$<0.002$		
	h	'	"	h	'	"
4		1	10	12	6	0
5		1	8	11	43	40
6		1	6	11	22	30
7		1	4	11	1	30
8		1	2	10	40	10
9		1	0	10	23	30
10			58	10	8	10
11			57	9	51	0
12			55	9	34	40
13			54	9	19	20
14			52	9	2	40
15			51	8	48	10
16			49	8	34	40
17			48	8	21	40
18			47	8	9	20
19			46	7	57	10
20			45	7	45	40
21			44	7	34	30
22			43	7	23	50
23			42	7	13	30
24			41	7	3	30
25			40	6	54	0
26			39	6	44	50
27			38	6	35	50
28			37	6	27	20
29			36	6	19	0
30			36	6	11	0

\* 表中 h 为时;'为分;"为秒。

## 2.1.1.1 主要仪器设备

(1) 吸管仪(图 2.2):包括吸管架、吸管(图 2.3)、冲洗吸管用的洗瓶、真空泵、保险瓶、洗气瓶、真空瓶、缓冲瓶、调压指示表(即为 U 型玻管)、水银压力表、连接各部件的胶管及二通活塞。

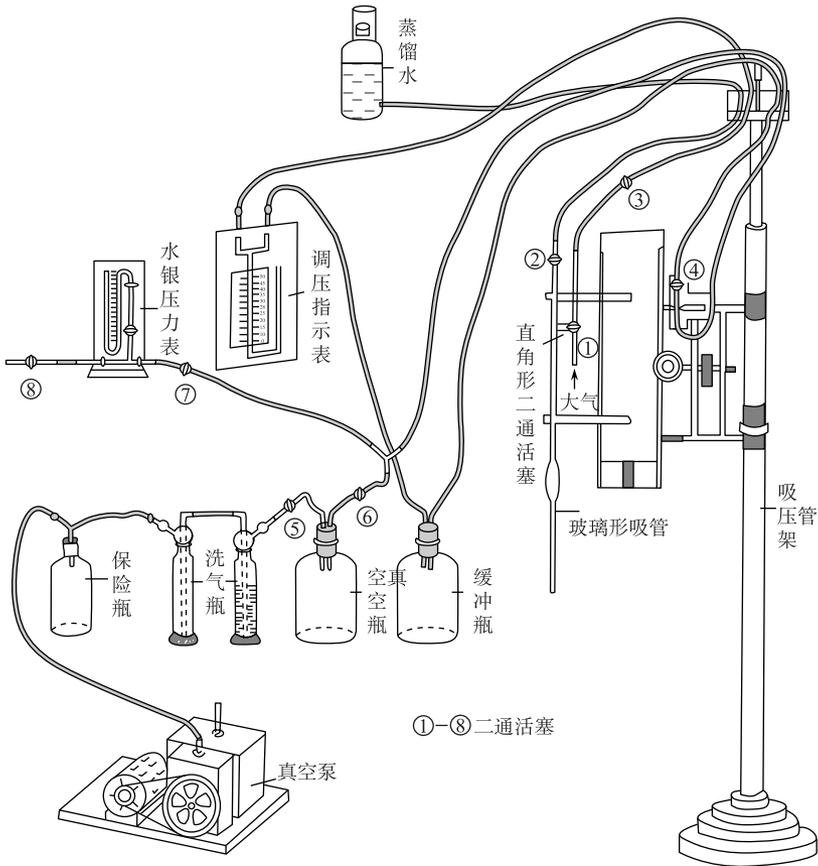


图 2.2 吸管仪示意图

(2) 搅拌棒(图 2.4):搅拌棒系不锈蚀材料制成,也可用粗玻璃棒为杆,下端装置上有孔铜片。

(3) 沉降筒,即 1L 平口量筒,直径不小于 6cm,高为 45cm。

(4) 土壤筛:孔径为 75mm、20mm、5mm、3mm、2mm、1mm、0.5mm、0.25mm 以及洗筛(筛框直径 6cm,孔径 0.1mm)。

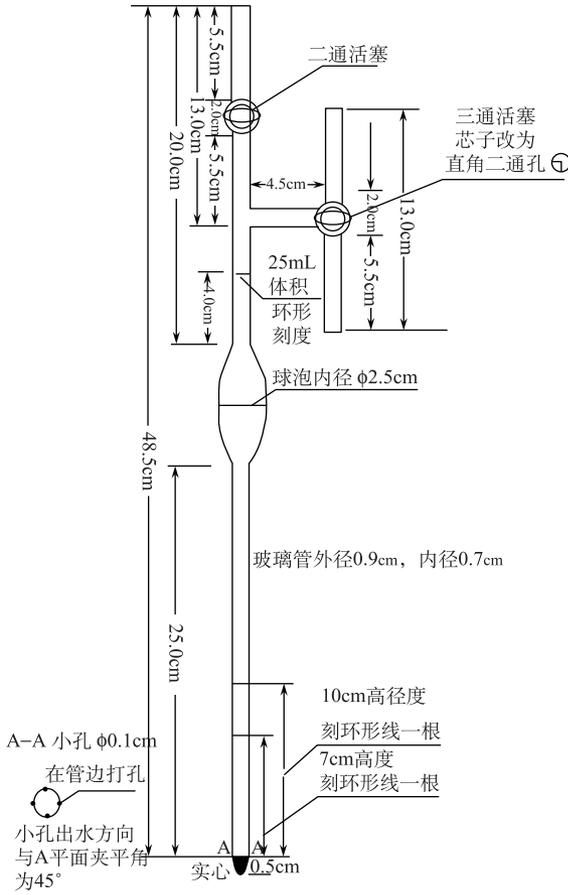


图 2.3 吸管

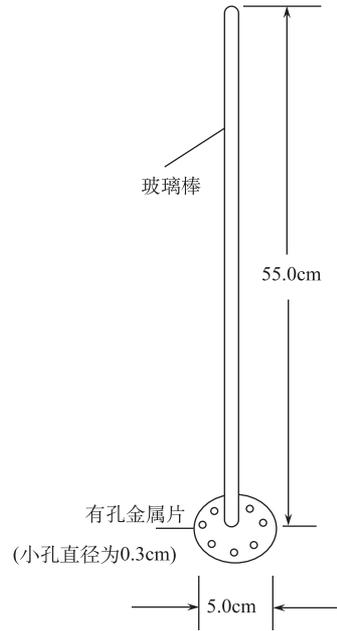


图 2.4 搅拌棒

(5) 三角瓶(500mL)、250mL 高型烧杯、50mL 硬质烧杯、温度计(±0.1℃)、真空干燥器、电热板、电烘箱、秒表等。

### 2.1.1.2 试剂

(1) 0.5 mol · L<sup>-1</sup> NaOH 溶液:称取 20g 氢氧化钠(NaOH,化学纯),加蒸馏水溶解后,定容至 1L,摇匀。

(2) 0.5 mol · L<sup>-1</sup> 1/2 Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 溶液:称取 33.5g 草酸钠(Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>,化学纯),加蒸馏水溶解后,定容至 1L,摇匀。

(3) 0.5 mol · L<sup>-1</sup> 1/6 (NaPO<sub>3</sub>)<sub>6</sub> 溶液:称取 51g 六偏磷酸钠[(NaPO<sub>3</sub>)<sub>6</sub>,化学纯],加蒸馏水溶解后,定容至 1L,摇匀。

(4)  $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  HCl 溶液:量取浓盐酸(HCl,化学纯)25mL,用蒸馏水稀释至 1.5L,摇匀。

(5)  $0.05\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  HCl 溶液:量取浓盐酸(HCl,化学纯)6.3mL,用蒸馏水稀释至 1.5L,摇匀。

(6) 1:9 HCl 溶液:量取浓盐酸(HCl,化学纯)10mL 与 90mL 蒸馏水混合而成。

(7) 1:4  $\text{H}_2\text{O}_2$  溶液:量取浓过氧化氢( $\text{H}_2\text{O}_2$ ,化学纯)10mL 与 40mL 蒸馏水混合而成。

(8) 2:8  $\text{NH}_4\text{OH}$  溶液:量取浓氨水( $\text{NH}_4\text{OH}$ ,化学纯)20mL 与 80mL 蒸馏水混合而成。

(9) 1:9  $\text{CH}_3\text{COOH}$  溶液:量取冰醋酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,化学纯)10mL 与 90mL 蒸馏水混合。

(10) 1:9  $\text{HNO}_3$  溶液:量取浓硝酸( $\text{HNO}_3$ ,化学纯)10mL 与 90mL 蒸馏水混合而成。

(11)  $40\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$   $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  溶液:称取 4g 草酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4]$ ,溶于 100mL 蒸馏水中。

(12)  $50\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$   $\text{AgNO}_3$  溶液:称取 5g 硝酸银( $\text{AgNO}_3$ ,化学纯),溶于 100mL 蒸馏水中。

(13) 异戊醇 $[(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}]$ ,化学纯。

(14)  $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$   $\text{NaHCO}_3$  溶液:称取 84g 碳酸氢钠( $\text{NaHCO}_3$ ,化学纯)溶于 1L 蒸馏水中。

(15) 饱和 NaCl 溶液:20°C时,称取 360g 氯化钠( $\text{NaCl}$ ,化学纯)溶于 1L 蒸馏水中。

(16)  $0.3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$   $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$  溶液:称取柠檬酸钠( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,分析纯)88.2g,用蒸馏水定容稀释到 1L。

(17)  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$  (保险粉):连二亚硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ ,化学纯,固体)。

### 2.1.1.3 操作步骤

#### (1) 称样

称取过 2mm 孔径筛的风干样品(已全部去除粗有机质)4 份,每份 10g(精确到 0.01g)。其中,1 份供测定吸湿水含量;另 3 份分别倒入 250mL 高型烧杯(1 份供测定碳酸盐和有机质洗失量,另 2 份供制备颗粒组成测定的悬液用)。

#### (2) 去除碳酸盐

① 如果样品中有较多的碳酸盐存在,需用盐酸脱钙,即分次滴加  $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  HCl 溶液于上述盛有样品的烧杯中(先加少量蒸馏水湿润),分解碳酸盐,为避免盐酸浓度降低,需倾去上部清液,再继续滴加  $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  HCl 溶液,直至样品中所有盐类全部分解(若盐类含量较高,可适当提高盐酸浓度)。

② 将碳酸盐全部分解后的样品,用  $0.05\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  HCl 溶液,淋洗过滤(慢速硬质滤纸),直至滤液无钙离子反应为止<sup>①</sup>。

③ 交换性钙被淋洗尽后,改用水洗除氯化物及盐酸,直至无氯离子为止<sup>②</sup>。某些土样,特别是黏重土壤,在洗氯过程后期,滤液常出现浑浊现象,是因电解质洗失后,土壤趋于分散状态,黏粒透过滤纸,进入滤液所致。所以在淋洗过程中,如发现滤液浑浊,即表明土壤样品中的黏粒已开始透过滤纸,此时说明氯离子含量已极微,应立即停止淋洗。

④ 如样品不需去除有机质,则将上述其中 1 份样品,参照吸湿水测定方法(烘干法),测定盐酸洗失量(样品如还需去除有机质,其洗失量可到去尽有机质后一并进行);另 2 份转移到 500mL 三角瓶,为制备颗粒组成测定的悬液用。

### (3) 去除有机质

① 对于含有较多有机质需去除的样品,则将上述 3 份去除尽碳酸盐的样品,从漏斗中分别转移到 250mL 高型烧杯中,加 1:4 的  $\text{H}_2\text{O}_2$  10~20mL,并用玻棒常搅动,促进有机质氧化(当氧化强烈时,产生大量气泡。为避免样品逸出杯外,可滴加异戊醇 2~3 滴来消泡,也可将杯移到冷水盆中降温制止)。有时虽猛烈反应,但不是有机质氧化,可加滴 1:9  $\text{CH}_3\text{COOH}$  来起缓冲作用,样品需用  $\text{H}_2\text{O}_2$  反复多次处理,直至土色变淡,有机质完全被氧化为止。过量的  $\text{H}_2\text{O}_2$  可用加热法排除(如样品不需去除碳酸盐,则需去除有机质,称样倒入 250mL 高型烧杯,加少量水湿润后,直接去除有机质)。

② 将上述其中 1 份样品,参照吸湿水测定方法(烘干法),测定盐酸、双氧水洗失量。

③ 将上述其余 2 份样品,转移入 500mL 三角瓶,为制备颗粒组成测定的悬液用。

### (4) 去铁

如果样品中含有较多的氧化铁(如铁铝土),则在样品测定前需要进行去铁处理,使得土壤颗粒充分分散后再测定。对于需要去铁的样品,前处理步骤如下:

① 称样:根据样品中的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  含量计算需要称取风干土的重量。40mL 柠檬酸盐中最多可溶 0.5g  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,调整 <2mm 风干土的重量,使每个烧杯中  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  都小于 0.5g,溶解后的样品总质量约为 10g,盛装于 300mL 烧杯中。

② 去有机质:加入 50mL 蒸馏水和 5mL  $\text{H}_2\text{O}_2$ ,盖上 50mm 可视玻璃皿,放置过夜,让样品反应完全。将样品放在电热板上,温度调节到  $90^\circ\text{C}$ ,再加热 45min 除去  $\text{H}_2\text{O}_2$ 。

③ 去铁:加 40mL 柠檬酸钠和 5mL 碳酸氢钠,水浴至  $80^\circ\text{C}$ ,加 1g 连二亚硫酸

---

① 检查钙离子的方法:用试管收集少量(约 5mL)滤液,滴加 1~2 滴 2:8  $\text{NH}_4\text{OH}$  中和,再加数滴 1:9  $\text{CH}_3\text{COOH}$  使呈微酸性,然后加几滴  $40\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$   $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  溶液(可稍加热)。若有白色沉淀物(草酸钙),即显示尚有钙离子存在;如无白色沉淀物,则显示已无钙离子。

② 检查氯离子方法:用试管收集少量(约 5mL)滤液,滴加 1:9  $\text{HNO}_3$  酸化滤液,然后滴加 1~2 滴  $50\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$   $\text{AgNO}_3$  溶液。若有白色沉淀物(氯化银),即显示尚有氯离子存在;如无白色沉淀物,则显示样品中已无氯离子。

钠粉末,用玻璃棒搅拌 1min,再间隔搅拌 15min,加入 10mL 饱和 NaCl 混合。

④ 离心:用离心机将样品离心以除去溶解的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 。若样品中  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  少于 0.5g,重复上述溶解步骤;若多于 0.5g,重复上述溶解步骤 2 次以上。

#### (5) 制备悬液

① 加分散剂煮沸分散:分别加 10mL  $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  NaOH 溶液于三角瓶中,并加蒸馏水至 250mL。盖上小漏斗,置于电热板上加热煮沸(在未沸腾前常摇动三角瓶,不使土粒烧结于三角瓶底,影响分散),沸腾后保持 1h,使样品充分分散。对于经过去铁处理的样品可不另外加分散剂。

② 过洗筛、定容:将煮沸分散好的冷却悬液,过 0.1mm 孔径筛,用蒸馏水冲洗,使  $<0.1\text{mm}$  的土粒全部洗入 1L 沉降筒,并用带橡皮头的玻棒轻擦,直至筛下流出的水色澄清为止。但洗水量控制不超过 1L,并定容至 1L,摇匀。将留在筛上部分(2~0.1mm 砂粒部分)转移入铝盒,烘干,过 1mm、0.5mm、0.25mm 孔径筛,并分别称重、计算。

对于不需去除碳酸盐及有机质的样品,在测定吸湿水的同时,则可直接称样于 500mL 三角瓶中加水 250mL,充分浸泡(8h 以上)。然后,根据样品的 pH,加入不同的分散剂煮沸分散[中性加  $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$   $1/2 \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  溶液 10mL;酸性加  $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  NaOH 溶液 10mL;对于石灰性土样加  $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$   $1/6(\text{NaPO}_3)_6$  溶液 10mL]制备悬液。对于一般土壤来说,按上述分散剂能得到良好分散。但对某些特殊样品或剖面需根据土质等条件,从微观到宏观来全面考虑加以权衡,酌情选用适当的分散剂。

#### (6) 样品悬液吸取

① 将待测沉降筒置于吸管仪的平台上。

② 测定悬液温度后,按斯托克斯定律公式计算所需粒级在水中沉降 10cm 所需的时间,即为吸液时间,可查表 2.3。

③ 记录开始沉降时间和吸液时间,用搅拌棒搅拌 1min(速度为上、下各 30 次左右),搅拌结束时,即为开始沉降时间(含有机质多,而又未经去除的样品,在搅拌时,会引起气泡,影响吸管深度的刻度线观察,可加 1~2 滴异戊醇消泡)。即将吸管放到规定深度处,按所需粒径预先计算好的吸液时间,提前 10s 开始吸取悬液 25mL(约用 20s 时间)。将吸取的悬液全部移入有编号的已知质量的 50mL 烧杯中(并用水冲洗吸管)。

④ 将盛吸取悬液的烧杯,置于电热板上蒸干,再放进烘箱中,  $105^\circ\text{C}$  烘 6h,称至恒重(两次质量相差不超过 0.03g),计算。

#### 2.1.1.4 结果计算

一般以烘干土重为计算基础。但对碳酸盐、有机质洗失量较高的样品,可用经盐酸、双氧水处理后的烘干土重为计算基础,其洗失量不包括在各级颗粒含量

( $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ )之内,可列出一栏供参考。

$$(1) \text{土壤吸湿水}(\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}) = \frac{\text{风干样品重} - \text{烘干样品重}}{\text{烘干样品重}} \times 1000 \quad (2-1)$$

$$(2) \text{洗失量}(\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}) = \frac{\text{洗失重}}{\text{烘干样品重}} \times 1000 \quad (2-2)$$

式中,洗失重( $\text{g}$ )=烘干样品重-洗除碳酸盐和有机质后烘干样品重。

$$(3) 2 \sim 1\text{mm}; 1 \sim 0.5\text{mm}; 0.5 \sim 0.25\text{mm}; 0.25 \sim 0.1\text{mm} \text{ 颗粒含量}(\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}) \\ = \frac{\text{某粒级烘干颗粒重}}{\text{烘干样品重}} \times 1000 \quad (2-3)$$

$$(4) <0.05\text{mm}; <0.002\text{mm} \text{ 颗粒含量}(\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}) = \frac{g_v}{m} \times \frac{V}{V_1} \times 1000 \quad (2-4)$$

式中, $g_v$ 为吸取小于某粒径颗粒烘干重(包括分散剂)( $\text{g}$ ); $m$ 为烘干样品重( $\text{g}$ ); $V$ 为1L(沉降筒容积); $V_1$ 为25mL(吸管容积)。

(5)分散剂质量校正,由于加入悬液中的分散剂本身有质量,故对 $<0.1\text{mm}$ 各级颗粒含量需校正。由于在计算中各级含量由各级依次递减而得,所以分散剂占烘干样品重(或占洗除碳酸盐和有机质后烘干样品重)的含量,可直接在 $<0.002\text{mm}$ 部分减去。

$$\text{分散剂占烘干样品的含量}(\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}) = \frac{\text{所加入的分散剂的溶质重}}{\text{烘干样品重}} \times 1000 \quad (2-5)$$

(6)  $0.1 \sim 0.05\text{mm}$  颗粒含量( $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ )由减差法计算而得。

根据以上测定结果,按美国农部分类,命名土壤质地。

### 2.1.1.5 精密度

本法允许平行绝对误差:黏粒级 $<10\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ ;粉(砂)粒级 $<20\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。

## 2.1.2 激光粒度仪法

土壤粒度大小及其特征是主要的土壤性质,它决定着诸多其他的土壤物理化学行为,因此,粒度的测定一直是土壤学研究中的一个主要内容。20世纪90年代以前,土壤粒度测量普遍采用沉降法或筛析法,其测量过程完全依靠人工操作。但是上述分析方法速度慢,对实验室技术和实验者的操作水平依赖性很强,不适合大量样品快速准确地测定。随着科学技术的发展,利用光学衍射原理测量颗粒粒径的激光粒度仪诞生了,由于其测量具有速度快、测量范围广、自动化程度高、误差小、重现率高等特点,一出现便得到快速发展和广泛应用。

### 2.1.2.1 激光粒度仪测定粒度的原理

激光粒度仪测量土壤颗粒组成的原理是基于光与颗粒之间的作用。激光通过

颗粒时发生衍射,其衍射光的角度与颗粒的粒径相关,颗粒越大,衍射光的角度越小。在仪器测量颗粒时,单色激光光束穿过悬浮的颗粒流,颗粒产生的衍射光通过凸透镜被聚于探测器上,在探测器上记录下不同衍射角的散射光强度。当颗粒流经过固定的激光束时就产生一个稳定的衍射谱,衍射光的强度  $I(\theta)$  与颗粒的粒径有如下关系

$$I(\theta) = \frac{1}{\theta} \int_0^{\infty} R^2 n(R) J_1^2(\theta KR) dR \quad (2-6)$$

式中,  $\theta$  为散射角度;  $R$  为颗粒半径;  $I(\theta)$  为以  $\theta$  角散射的光强度;  $n(R)$  为颗粒的粒径分布函数;  $K = 2\pi/\lambda$  ( $\lambda$  为激光波长);  $J_1$  为第一贝叶斯函数。根据测得的  $I(\theta)$ , 可由上式反演求得粒径的分布  $n(R)$ 。

### 2.1.2.2 主要仪器设备

激光粒度分析仪、计算机及相应的软件、天平、超声波清洗器、小烧杯(50mL)、离心机、电热板等。

### 2.1.2.3 试剂

同 2.1.1.2。

### 2.1.2.4 操作步骤

#### (1) 样品处理

① 称样:根据土壤的大概粗细程度称取 0.03~0.5g 过 2mm 筛孔的风干土样放入 50mL 的小烧杯中,壤土一般称 0.1g 左右。因为激光粒度仪测定土壤机械组成的计算中不需要土壤称样量的数据,但对于测定样品的颗粒含量要求有一个最佳的范围。一般地就同样重量的土壤而言,土壤黏性大其颗粒数量就多,而土壤砂性其颗粒数量就少,因而黏性大的土壤取样量可适当小,砂性土壤的取样量适当大。所以通常有机质含量高的土壤取样量适当大,有机质含量低的土壤取样量可适当小;  $\text{CaCO}_3$  含量高的土壤取样量适当大,  $\text{CaCO}_3$  含量低的土壤取样量可适当小,以保证达到仪器测定要求的最佳颗粒含量范围。

② 去有机质:对于含有大量有机质又需去除的样品,用  $\text{H}_2\text{O}_2$  去除。加少量蒸馏水使样品湿润,然后加 1:4 的  $\text{H}_2\text{O}_2$ ,其用量视有机质多少而定,并经常用玻璃棒搅拌,使有机质与  $\text{H}_2\text{O}_2$  接触,以利于氧化。由于有机质与  $\text{H}_2\text{O}_2$  反应会产生大量的气泡,因此加  $\text{H}_2\text{O}_2$  一定要少量多次,避免样品溢出烧杯。待样品中加入  $\text{H}_2\text{O}_2$  后不再有反应时,在电炉上微热,将过量的  $\text{H}_2\text{O}_2$  加热排除。

③ 去碳酸盐:如果样品中含有碳酸盐,需用盐酸脱钙。分次滴加  $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  盐酸于盛有样品的烧杯中,并经常用玻璃棒搅拌,直至无气泡( $\text{CO}_2$ )产生。为避免烧杯中盐酸浓度过低,需要不断地倾去上面清液,然后继续加入  $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$

的盐酸,直至样品中的所有碳酸盐全部分解。

④ 经上述处理的样品,尚需用  $0.05 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  盐酸反复淋洗,直至溶液中无钙离子为止。再用蒸馏水洗氯化物及盐酸,直至无氯离子存在。检查钙离子和氯离子是否淋洗完全的方法同 2.1.1.3。为了便于操作和减少黏粒的损失,洗钙离子和氯离子的时候,可以采用离心机使得溶液与土壤样品分离。

### (2) 制备悬液

① 向上述处理的样品中加入  $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  NaOH 溶液 1~1.5mL 搅拌后放置过夜。

② 对于不需要去除有机质及碳酸盐的样品,可直接向称取的土样中加入 10mL 左右的蒸馏水浸泡过夜,然后根据样品的 pH 加入不同的分散剂。对于石灰性土壤,加入  $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的  $1/6 (\text{NaPO}_3)_6$  溶液 1~1.5mL;中性土壤加入  $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  溶液 1~1.5mL;酸性土壤,加入  $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的 NaOH 溶液 1~1.5mL。搅拌后放置过夜。

③ 超声分散,将处理的样品放入超声仪中用 160W,超声 10~15min(分散的方法有很多,如传统的煮沸法、振荡法等,但现在较普遍采用超声分散)。

### (3) 样品的测定(上机)

不同厂家和型号的激光粒度仪操作步骤和仪器软件略有差异,这里以美国贝克曼公司生产的库尔特 LS230 为例做简单介绍。

打开激光粒度仪上的开关按钮,打开电脑上的 LS230 软件,连机,根据测定要求选择需要的相关项目,点击“Start”。仪器按照软件设定的要求自动运行,仪器自动进行光补偿,镜头位置的调整,背景测定。如果采用手动加样,仪器运行到加样时,操作者将分散好的样品全部加入样品池中,点击“Done”,输入样品代号,仪器便进行测定,并自动将测定结果保存在指定的文件夹中。如果采用自动加样台,将分散好的样品洗入小试管中,排在自动加样台上,选择“Use Auto-Prep Station”,仪器将自动连续测定样品,无需人工加样。

## 2.1.2.5 测定结果

仪器测定结果可直接在计算机上显示出来,结果有 3 种表达方式:图形“Graph”、列表“Listing”和区间值“Interpolation”。图形直观地表达了该样品的粒度分布情况;列表列出了所测定的每个粒径的含量;区间值可以根据自己的要求划区间计算某一段粒径的含量(如  $<2\mu\text{m}$  颗粒的含量)。

## 2.1.2.6 精密度

平行测定结果允许绝对误差:黏粒级  $<1\%$ ;粉(砂)粒级  $<2\%$ 。

### 2.1.2.7 注意事项

① 由于一次取样量很少,不管是黏土、壤土还是砂土,取样时都需要充分混匀,非常仔细地取样才可减少取样误差。

② 一定不可将超过仪器测量范围的土壤或物品放入进样池中(LS230 的测量范围为  $0.04\sim 2000\mu\text{m}$ )。不能将强酸、强碱、氧化性的物质(如  $\text{H}_2\text{O}_2$ )加入样品池中,这些物质会严重腐蚀仪器。

③ 在有机质去除后, $\text{H}_2\text{O}_2$  一定要加热排除,否则在测定时  $\text{H}_2\text{O}_2$  会产生气泡,对结果产生影响;另外, $\text{H}_2\text{O}_2$  对仪器也会产生氧化腐蚀。所以, $\text{H}_2\text{O}_2$  一定要加热排除干净。

④ 在仪器的操作过程中不要晃动和振动主机,否则会影响测定的结果。

⑤ 本仪器测定的是土壤的体积百分含量,与以前用吸管法测定的重量百分含量不完全相同,因为这两者所依据的原理不同。

### 2.1.2.8 激光粒度仪测定的颗粒组成与吸管法的比较

根据已有的研究结果,应用激光粒度仪和吸管法测定的土壤颗粒组成结果具有一定的差异。激光法测定的黏粒含量明显地小于吸管法测定的数据,而激光法测定的粉粒含量明显地大于吸管法测定的数据,对于砂粒则两者的测定结果互有高低(杨金玲等,2009)。两种方法测定结果产生差异的根本原因在于两者测定原理不同和土壤颗粒的不规则形状。传统的湿筛-吸管法是建立在斯托克斯定律基础上的当量直径,反映颗粒的沉速;而激光粒度仪法是依据光学衍射原理(Fraunhofer 衍射理论和 Mie 氏理论)测定的当量直径,反映颗粒的横截面特征。这两种方法测量的是同一颗粒的不同特征。根据初步的研究结果,应用激光粒度仪和吸管法测定的结果具有一定的换算关系(杨金玲等,2009)。

## 2.2 水可分散黏粒( $<0.002\text{mm}$ )含量的测定

### 2.2.1 原理

水可分散黏粒也称“自然黏粒”,是土壤样品不经去除胶结物预处理,且不加分散剂,仅用蒸馏水浸泡、振荡所能分散的黏粒( $<0.002\text{mm}$ )。高度富铁铝化土壤因受铁、铝氧化物的胶结作用,B层中水可分散黏粒含量非常少,几乎接近于零。它可作为铁铝土纲中某些土类诊断特性的定量指标之一。

### 2.2.2 主要仪器设备

振荡机、振荡瓶(容积 250mL)、0.1mm 孔径洗筛、其他的与土壤颗粒分析(吸

管法 2.1.1.1) 的相同。

### 2.2.3 操作步骤

#### (1) 称样

称取通过 2mm 筛孔的风干土样 10g(精确到 0.01g), 倒入 250mL 振荡瓶中, 加蒸馏水至 150mL 左右, 静置浸泡过夜。另称 10g 样品, 用烘干法测定吸湿水含量。

#### (2) 振荡分散

将盛有样品的振荡瓶用橡皮塞塞紧, 放于水平振荡机中并固定(以防振荡过程中容器破裂样品损失)。开动振荡机, 振荡 8h(每分钟往返 180 次)。若振荡机马达发热, 应暂时停止 30min, 待其降温后, 再继续振荡。

#### (3) 悬液制备

将振荡后的土液通过 0.1mm 孔径洗筛, 用蒸馏水洗入 1L 沉降筒内, 并用蒸馏水定容至 1L, 摇匀。将制备好的悬液置于吸管架圆桌上, 测量液温, 并从表 2.3 查  $<0.002\text{mm}$  黏粒的吸液时间。

#### (4) 悬液的吸取和处理

沉降筒内悬液用搅拌棒搅拌 1min(速度为上下各 30 次左右), 搅拌结束时即为开始沉降时间。随即将吸管放到规定深度处, 按查表得知的吸液时间, 提前 10s 开始吸取悬液 25mL(约用 20s 时间), 并移入已知质量的 50mL 小烧杯中, 开启蒸馏水管活塞, 用蒸馏水冲洗吸管, 使附着于管壁的悬液全部移入 50mL 小烧杯中。

将盛有悬液的 50mL 小烧杯放于电热板上蒸干, 然后放入烘箱( $105^{\circ}\text{C}$ )中烘干, 冷却后称至恒重(精确到 0.0001g)。

### 2.2.4 结果计算

(1) 根据吸湿水含量, 将风干土换算成烘干土重(参照“土壤吸湿水含量”)。

(2) 水可分散黏粒( $<0.002\text{mm}$ )含量按下式计算

$$x(\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}) = \frac{g_v}{m} \times \frac{V}{V_1} \times 1000 \quad (2-7)$$

式中,  $x$  为水可分散黏粒( $<0.002\text{mm}$ )含量( $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ );  $g_v$  为 25mL 吸液中水可分散黏粒质量(g);  $m$  为样品烘干重(g);  $V$  为 1L 沉降筒容积;  $V_1$  为 25mL(吸管容积)。

## 2.3 细黏粒( $<0.0002\text{mm}$ )含量的测定

土壤颗粒分析常采用沉降法。土壤颗粒是由于重力的作用而下沉, 但对于  $<0.0002\text{mm}$  的细黏粒来说, 沉降一定距离所需的沉降时间太长。因此需应用斯托克斯定律的原理, 用离心力代替重力, 以使颗粒沉降的速度加快, 缩短沉降一定